

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-231344

(43)Date of publication of application : 10.09.1996

(51)Int.CI.

A61K 7/00  
A61K 7/032  
A61K 7/06  
A61K 7/48

(21)Application number : 07-038153

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 27.02.1995

(72)Inventor : KUWABARA KAZUO  
HIDAKA YOSHIKI  
TSUTSUMI TAKEHIRO  
SUGAWARA SUSUMU  
SAITOU MIZUE

## (54) COSMETIC

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a cosmetic containing an aqueous polymer emulsion, having excellent water resistance, gloss and film-forming property.

**CONSTITUTION:** This cosmetic contains 1–60wt.% (in terms of solid content) aqueous polymer emulsion obtained by copolymerizing a cycloalkyl group-containing monomer (e.g. cyclohexyl acrylate) having polymerizable double bond with a monomer (e.g. styrene) having double bond copolymerizable with the monomer in the presence of a plasticizer or film-forming auxiliary. The blend amount of the cycloalkyl group-containing monomer is 0.1–98wt.% based on total constitutional monomer in the aqueous polymer emulsion and the blend amount of the plasticizer and the film-forming auxiliary is 1–50 pts.wt. based on 100 pts.wt. of the above monomer. The cosmetic is applied to skin and hair and strong to perspiration and water and free from messy makeup and excellent in non-stickiness, quick dryness, high film hardness, water resistance, adhesion, abrasion resistance, etc., especially when used for nail enamel, etc.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-231344

(43)公開日 平成8年(1996)9月10日

(51)Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 61 K	7/00		A 61 K 7/00	N
	7/032			J
	7/06		7/032	
	7/48		7/06	
			7/48	

審査請求 未請求 請求項の数4 O.L (全7頁)

(21)出願番号	特願平7-38153	(71)出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(22)出願日	平成7年(1995)2月27日	(72)発明者	桑原一夫 和歌山県和歌山市西浜1130 花王星和寮
		(72)発明者	日高由季 和歌山県和歌山市六十谷1223-61
		(72)発明者	堤武弘 大阪府阪南市舞2丁目4-4
		(72)発明者	菅原享 千葉県千葉市花見川区朝日ヶ丘1-3
		(72)発明者	齊藤みづえ 東京都田無市本町3-7-32
		(74)代理人	弁理士 古谷馨 (外3名)

(54)【発明の名称】 化粧料

(57)【要約】

【目的】 拔群の耐水性と、優れた艶及び成膜性を有する化粧料の提供。

【構成】 重合可能な二重結合を有するシクロアルキル基含有単量体と、該単量体と共に重合可能な二重結合を有する単量体とを構成成分とする水性ポリマーエマルジョンを、固形分換算で1~60重量%含有する化粧料。

**【特許請求の範囲】**

**【請求項1】** 重合可能な二重結合を有するシクロアルキル基含有単量体と、該単量体と共に重合可能な二重結合を有する単量体とを構成成分とする水性ポリマーエマルジョンを、固形分換算で1～60重量%含有することを特徴とする化粧料。

**【請求項2】** シクロアルキル基含有単量体成分の含有量が、水性ポリマーエマルジョン中の全構成単量体成分に対して0.1～98重量%である請求項1記載の化粧料。

**【請求項3】** シクロアルキル基含有単量体がシクロヘキシリアルクリレート又はシクロヘキシリメタクリレートである請求項1又は2記載の化粧料。

**【請求項4】** 水性ポリマーエマルジョンが可塑剤または成膜助剤の存在下で重合してなるものである請求項1～3のいずれか一項に記載の化粧料。

**【発明の詳細な説明】**

**【0001】**

**【産業上の利用分野】** 本発明は化粧料に関し、さらに詳しくは抜群の耐水性と、優れた艶及び成膜性を有する毛髪化粧料、皮膚化粧料等の化粧料に関するものである。

**【0002】**

**【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】** 従来、毛髪用、メイクアップ用、薬用等の化粧料には水溶性又は油溶性の成膜性ポリマーが配合されている。しかし、化粧料中に水溶性ポリマーを配合した場合には耐水性が劣ることから該化粧料は汗や水によりとれやすく、一方油溶性ポリマーを配合した場合、該化粧料は皮脂によりとれやすいという欠点を有する。これらの欠点を解決するために、従来より水性ポリマーエマルジョンを含有する化粧料が提案されている。例えば、特開昭54-28836号公報、特開昭54-52736号公報、特開昭56-131513号公報、特開昭57-56410号公報にはアクリル系水性ポリマーエマルジョンからなる化粧料（美爪料）が開示されているが、艶、成膜性、耐水性等において未だ満足のいくものではない。

**【0003】** また、特開平6-80537号公報には、重合可能な二重結合を有する単量体を可塑剤又は成膜助剤存在下で重合してなる水性エマルジョンを含有する化粧料が開示されているが、成膜性及び艶は非常に優れているものの、抜群の耐水性を有しているとはいえない。そこで、本発明の目的は、抜群の耐水性と、優れた艶及び成膜性を有する化粧料を提供することにある。

**【0004】**

**【課題を解決するための手段】** 本発明者らは、上記課題を解決するために銳意検討を行った結果、重合可能な二重結合を有するシクロアルキル基含有単量体と、該単量体と共に重合可能な二重結合を有する単量体とを構成成分とする水性ポリマーエマルジョンを用いることによって、優れた耐水性を持ち、汗や水に強い化粧料が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。即ち、本

発明は、重合可能な二重結合を有するシクロアルキル基含有単量体と、該単量体と共に重合可能な二重結合を有する単量体とを構成成分とする水性ポリマーエマルジョンを、固形分換算で1～60重量%含有することを特徴とする化粧料を提供するものである。

**【0005】** 本発明において、「水性ポリマーエマルジョン」とは、水を主とする溶剤にポリマーを分散させるエマルジョンをいう。本発明において、重合可能な二重結合を有するシクロアルキル基含有単量体としては、低級アルキル基等の置換基を有しても良い炭素数5～12のシクロアルキル基を有する単量体が挙げられ、シクロヘキシリアルクリレート又はシクロヘキシリメタクリレートが好ましい。本発明に係わる水性ポリマーエマルジョン中のシクロアルキル基含有単量体成分の含有量は、水性ポリマーエマルジョン中の全構成単量体成分に対して0.1～98重量%が好ましく、5～90重量%が更に好ましく、30～70重量%が特に好ましい。シクロアルキル基含有単量体成分の含有量が0.1重量%未満であると、化粧料の耐水性付与において満足できるものが得られず、また98重量%を超えると、エマルジョンの安定性を損ねるため好ましくない。

**【0006】** 本発明において、シクロアルキル基含有単量体と共に重合可能な二重結合を有する単量体としては、親水性単量体、疎水性単量体のいずれでもよく、親水性単量体としてはアクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、フマール酸、クロトン酸等のエチレン性不飽和カルボン酸；ヒドロキシエチルアクリレート、ヒドロキシエチルメタクリレート、グリシジルアクリレート、グリシジルメタクリレート、エチレングリコールジアクリレート、エチレングリコールジメタクリレート、ポリエチレングリコールモノアクリレート、ポリエチレングリコールモノメタクリレート等のヒドロキシ基又はグリシジル基含有エチレン性単量体；アクリルアミド、メタクリルアミド、N-メチロールアクリルアミド、N-メチロールメタクリルアミド、N-ダイアセトニアクリルアミド等のエチレン性アミド；アミノエチルアクリレート、アミノエチルメタクリレート、N,N-ジメチルアミノエチルアクリレート、N,N-ジエチルアミノエチルメタクリレート、N,N-ジエチルアミノエチルメタクリレート、N,N,N-トリメチルアミノエチルアクリレート、N,N,N-トリメチルアミノエチルメタクリレート等のエチレン性アミン又はその塩などが挙げられる。

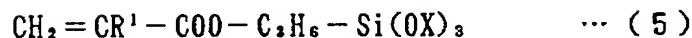
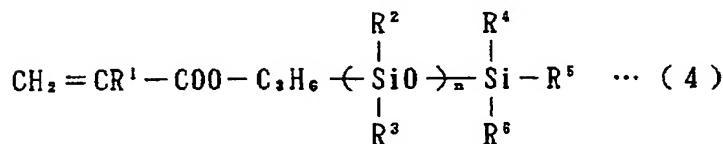
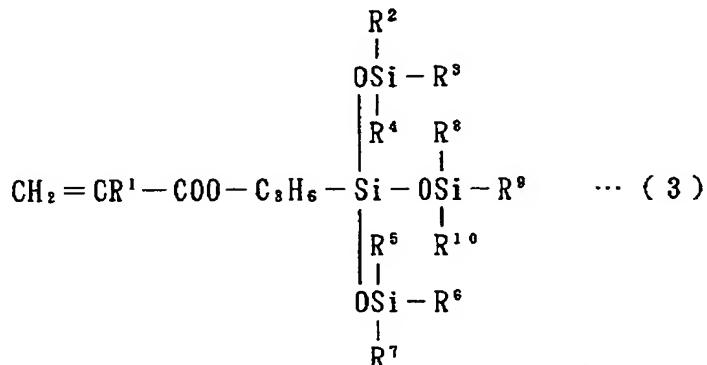
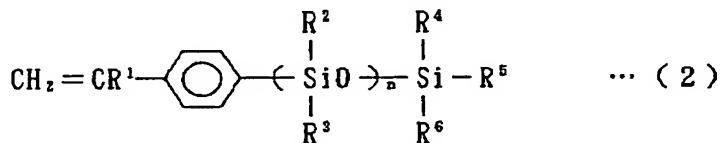
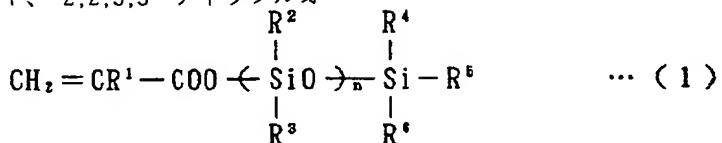
**【0007】** また、疎水性単量体としては、スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、クロロスチレン、アルキルスチレン、ジビニルベンゼン等の芳香族モノ及びジビニル化合物；メチルアクリレート、メチルメタクリレート、エチルアクリレート、エチルメタクリレート、プロピルアクリレート、プロピルメタクリレート、ブチルアクリレ

ト、ブチルメタクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、ターシャリーブチルアクリレート、ターシャリーブチルメタクリレート等のアクリル酸エステル及びメタクリル酸エステル；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のシアン化ビニル化合物；酢酸ビニル等のビニルエステル；塩化ビニル、塩化ビニリデン等のハログン化ビニル；トリフルオロエチルメタクリレート、2,2,3,3-テトラフルオ

ロプロピルメタクリレート、2,2,3,3,4,4-ヘキサフルオロブチルメタクリレート、パーフルオロオクチルメタクリレート、パーフルオロオクチルアクリレート等のフッ素系単量体；下記の一般式(1)～(5)で表わされるようなシリコーンマクロモノマーなどが挙げられる。

## 【0008】

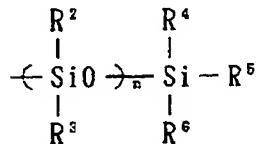
## 【化1】



【0009】[上記式中、R<sup>1</sup>は水素原子又はメチル基を示し、R<sup>2</sup>～R<sup>10</sup>はそれぞれ低級アルキル基、低級アルコキシ基又はフェニル基を示し、Xは下記式；

【0010】

【化2】



【0011】で表わされる基を示し、nは1～500の数を示す】

これらの単量体は1種のみを使用しても、また2種以上を組合せて使用してもよいが親水性単量体が0～30重量

%、上記シクロアルキル基含有単量体を含めた疎水性単量体が70～100重量%の組合せを用いるのが好ましく、親水性単量体が0～15重量%、上記シクロアルキル基含有単量体を含めた疎水性単量体が85～100重量%の組合せを用いるのが更に好ましい。

【0012】本発明に使用される水性ポリマーエマルジョンは上記単量体を、好ましくは可塑剤又は成膜助剤の存在下に重合させることにより得られる。また、必要に応じて、得られた水性ポリマーエマルジョンにさらに可塑剤又は成膜助剤を添加してもよい。

【0013】本発明に使用される可塑剤又は成膜助剤の具体例としては、セロソルブ、メチルセロソルブ、ブチルセロソルブ等のセロソルブ類；カルビトール、ジメチルカルビトール、ジエチルカルビトール、ブチルカルビ

トール、ジブチルカルビトール等のカルビトール類；エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート等のカーボネート類；セロソルブアセテート、ブチルセロソルアセテート、ブチルカルビトールアセテート、スクロースアセテート等のアセテート類；ヘキサノール、ベンジルアルコール、フェネチルアルコール等のアルコール類；ヘキシレングリコール、エチレングリコール、プロピレングリコール等のジオール類；フタル酸ジエステル類、アジピン酸ジエステル類、コハク酸ジエステル類、セバシン酸ジエステル類、アピエチン酸エステル類、カブリル酸エステル、カブロン酸エステル、酢酸エステル、エナント酸エステル、ミリスチン酸エステル、クエン酸エステル等のエステル類；スクロースベンゾエート等の安息香酸エステル；ジエチルベンゼンなどが挙げられる。

【0014】可塑剤又は成膜助剤の添加量は、重合安定性、貯蔵安定性及び塗膜の耐水性、耐久性などの点で上記単量体100重量部に対し1～50重量部が好ましく、5～30重量部がさらに好ましい。

【0015】本発明において使用される重合開始剤としては、特に限定されないが、例えばクメンハイドロパーオキサイド、ジイソプロピルベンゼンハイドロパーオキサイド、パラメンタンハイドロパーオキサイドなどのハイドロパーオキサイド類、ベンゾイルパーオキサイド、ラウロイルパーオキサイド等のパーオキサイド類及びアゾビスイソブチロニトリル等のアゾ化合物類などの有機系重合開始剤、並びに過硫酸カリウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸アンモニウムなどの過硫酸塩などの無機系重合開始剤などが挙げられる。また、重亜硫酸ナトリウム、アスコルビン酸及びその塩等の還元剤を重合開始剤と組合せて用いる、いわゆるレドックス系重合開始剤も使用することができる。

【0016】また、上記重合時には、分散安定化のため界面活性剤を添加することが好ましい。使用される界面活性剤には特に制限はなく、一般のアニオン系、カチオン系又はノニオン系界面活性剤が挙げられる。また、アニオン系とノニオン系の組合せ、カチオン系とノニオン系の組合せ等のように2種以上を併用してもよい。

【0017】ノニオン系界面活性剤としては、例えばポリエチレンオキサイドアルキルエーテル、ポリエチレンオキサイドアルキルフェニルエーテル、ポリエチレンオキサイド-ポリプロピレンオキサイドブロックコポリマー等、アニオン系界面活性剤としては、例えばアルキルベンゼンスルホネート、アルキルナフタレンスルホネート、ポリエチレンオキサイドアルキルエーテルサルファート等が挙げられる。またカチオン系界面活性剤としては、脂肪族炭化水素基を有する第1級、第2級、第3級アミン塩、第4級アンモニウム塩等が挙げられる。界面活性剤の添加量は、上記単量体100重量部に対し5重量部以下が好ましく、3重量部以下がさらに好ましい。5重量部を超えると被膜物性及び密着性が劣化する。

【0018】上記重合時には、さらに重合連鎖移動剤を添加してもよい。使用される重合連鎖移動剤の具体例としては、例えば、オクチルメルカプタン、n-ードデシルメルカプタン、t-ードデシルメルカプタン、n-ヘキサデシルメルカプタン、n-テトラデシルメルカプタン、t-テトラデシルメルカプタンなどのメルカプタン類；ジメチルキサントゲンジスルフィド、ジエチルキサントゲンジスルフィド、ジイソプロピルキサントゲンジスルフィドなどのキサントゲンジスルフィド類；テトラメチルチウラムジスルフィド、テトラエチルチウラムジスルフィド、テトラブチルチウラムジスルフィドなどのチウラムジスルフィド類；四塩化炭素、臭化エチレンなどのハログン化炭化水素類；ペンタフェニルエタンなどの炭化水素類；及びアクロレイン、メタクロレイン、アリルアルコール、2-エチルヘキシルチオグリコレート、ターピノーレン、 $\alpha$ -テルピネン、 $\gamma$ -テルピネン、ジペンテン、 $\alpha$ -メチルスチレンダイマー(2,4-ジフェニル-4-メチル-1-ペンテンが50重量部以上のものが好ましい)、さらに9,10-ジヒドロアントラセン、1,4-ジヒドロナフタレン、インデン、1,4-シクロヘキサン等の不飽和環状炭化水素化合物；キサンテン、2,5-ジヒドロフラン等の不飽和ヘテロ環状化合物等が挙げられる。これらは、単独でも2種以上を組合せて使用してもよい。

【0019】本発明における重合は、例えば乳化重合、溶液重合、バルク重合、沈殿重合、無乳化重合等の公知の方法により行なうことができる。重合により得られる水性ポリマーエマルジョンの重量平均分子量は200,000以下が好ましく、10,000～100,000がさらに好ましい。

【0020】本発明の化粧料中には、上記の水性ポリマーエマルジョンはそれぞれ1種を配合してもよいが、2種以上を混合して配合してもよい。2種以上を混合する場合、ガラス転移温度の異なるポリマーの2種以上を組合せることもできる。またこれらの水性ポリマーエマルジョンは、本発明の化粧料中に、全化粧料中固形分換算で1～60重量%配合される。含有量が1重量%未満では本発明の効果が得られず、一方、60重量%を超えると化粧料の粘度が高くなりすぎ、製剤化及び皮膚や毛髪への塗布が困難となる。

【0021】本発明の化粧料には、本発明の効果を損なわない範囲で、上記成分の他に化粧料成分として一般に使用されている成分、例えば油分、保湿剤、紫外線吸収剤、キレート剤、pH調整剤、防腐剤、増粘剤、染料、顔料、香料等を適宜配合することができる。

【0022】ここで顔料としては、R-221、R-226、B-404、Y-401等の有機顔料；及び二酸化チタン、褐色酸化鉄、ベンガラ、雲母チタン、オキシ塩化ビスマス等の無機顔料を使用することができる。これらの顔料の分散剤としては、石けん、ラウリン酸亜鉛、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、パルミチン酸亜鉛、ス

テアリン酸マグネシウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸トリエタノールアミン、セチル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸トリエタノールアミン、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンラウリルエーテル磷酸、ポリオキシエチレンラウリルエーテル磷酸ナトリウム、ポリオキシエチレンセチルエーテル磷酸、ポリオキシエチレンオレイルエーテル磷酸、ポリオキシエチレンオレイルエーテル磷酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル磷酸、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル磷酸トリエタノールアミン、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル磷酸ナトリウム、ラウロイルサルコシンナトリウム、大豆リン脂質等のアニオン界面活性剤；塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ジステアリルジメチルアンモニウム、塩化ベンザルコニウム、塩化ベンゼトニウム、塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウム、塩化セチルピリジニウム、臭化アルキルイソキノリニウム、臭化ドミフェン等のカチオン界面活性剤； $\beta$ -ラウリルアミノプロピオン酸ナトリウム、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン等の両イオン性界面活性剤；自己乳化型モノステアリン酸グリセリン、親油型モノステアリン酸グリセリン、親油型モノオレイン酸グリセライド、モノステアリン酸エチレングリコール、モノステアリン酸プロピレングリコール、ジオレイン酸プロピレングリコール、モノラウリン酸ソルビタン、モノパルミチン酸ソルビタン、モノステアリン酸ソルビタン、モノオレイン酸ソルビタン、セスキオレイン酸ソルビタン、トリオレイン酸ソルビタン、ショ糖脂肪酸エステル、ウンデシレン酸モノエタノールアミド、ラウリン酸ジエタノールアミド、ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド、モノラウリン酸ポリエチレングリコール、モノステアリン酸ポリエチレングリコール、モノオレイン酸ポリエチレングリコール、乳酸ミリスチル、乳酸セチル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンステアリン酸アミド、モノステアリン酸ポリオキシエチレングリセリン、モノラウリン酸ポリオキシエチレンソルビット、モノラウリン酸ポリオキシエチレンソルビタン(20EO)、モノパルミチン酸ポリオキシエチレンソルビタン(20EO)、モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン(6EO)、モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン(20EO)、ヘキサステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン(20EO)、トリオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン(20EO)、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン(20EO)等が挙げられる。

リオキシエチレンソルビット、モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン(20EO)、トリオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン(20EO)、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、ポリオキシエチレンソルビットミツロウ、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンラノリン等のノニオン界面活性剤等が挙げられる。

【0023】さらに増粘剤としては、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリラミド、ポリエチレンオキシド、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、カチオン化グーガム、カチオン化セルロース等の有機系増粘剤や、無機系のペントナイト系増粘剤、ベーマイト等の含水酸化物等が使用できる。

【0024】本発明の化粧料は、各種ファンデーション、アイシャドウ、アイライナー、アイブロウ、マスカラ、ネイルエナメル等のメイクアップ化粧料類、パック、口紅、ほほ紅、サンスクリーン等の皮膚化粧料類、毛髪化粧料、薬用化粧料などに広く応用することができ、それぞれの用途に応じて常法に従い製造することができる。

#### 【0025】

【発明の効果】本発明の化粧料は、皮膚や毛髪に適用されて、抜群の耐水性と、優れた皰及び成膜性等を示し、汗や皮脂により流れたり、とれたりすることのない、すなわち化粧崩れのないものである。また、特にネイルエナメル等に用いた場合には、非粘着性、速乾性、高い膜硬度、耐水性、密着性、耐摩耗性等に優れている。

#### 【0026】

【実施例】以下、合成例及び実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。尚、以下において「部」、「%」はそれぞれ「重量部」、「重量%」を示す。

#### 【0027】合成例1

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート、温度計、窒素導入管を備えた反応容器に水150部、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム0.5部、過硫酸カリウム0.5部、シクロヘキシルメタクリレート68.5部、2-エチルヘキシルアクリレート15.5部、スチレン10.0部、ヒドロキシエチルメタクリレート3部、アクリル酸3部、アジピン酸ジイソブチル10部及びn-ドデシルメルカプタン2.5部を仕込み、窒素ガスを流し、溶存酸素を除去した。攪拌下に反応容器内を70℃まで昇温し、3時間かけて重合を行なった。3時間同じ温度で熟成後、若干の凝集物を除き、固体分46%のエマルジョンを得た。得られたエマルジョン中の共重合体のガラス転移温度(Tg)はDSCを用いた測定により52℃であり、また共重合体の重量平均分子量(Mw)は、GPCを用いた測定(ポリスチレン標準)により90000であった。上記エマルジョン100部にジエチルカルビトール15部を加え、ホモディ

スパーを用いて30分攪拌し、水性ポリマーエマルジョン（1）（固形分40%）を得た。

#### 【0028】合成例2

合成例1で用いた反応容器に水150部、ラウリル硫酸ナトリウム3.0部、過硫酸アンモニウム0.5部、シクロヘキシリメタクリレート60部、n-ブチルアクリレート29部、ステレン10.0部、アクリル酸1部、ジブチルフタレート5部及びn-ドデシルメルカプタン2.5部を仕込み、窒素ガスを流し、溶存酸素を除去した。攪拌下に反応容器内を70℃まで昇温し、3時間かけて重合を行なった。3時間同じ温度で熟成後、若干の凝集物を除き、固形分46%のエマルジョンを得た。参考例1と同様に測定したところ、上記エマルジョン中の共重合体のTgは40℃、Mwは25000であった。上記エマルジョン100部にブチルカルビトールアセテート15部を加え、ホモディスパーを用いて30分攪拌し、水性ポリマーエマルジョン（5）（固形分40%）を得た。

#### （2）（固形分40%）を得た。

#### 【0029】合成例3

合成例1で用いた反応容器に水150部、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル3.0部、過硫酸カリウム0.5部、ステレン45部、シクロヘキシリメタクリレート30部、2-エチルヘキシリメタクリレート20部、ヒドロキシエチルメタクリレート5部、クエン酸アセチルトリエチル15部及びn-ドデシルメルカプタン1.5部を仕込み、窒素ガスを流し、溶存酸素を除去した。攪拌下に反応容器内を70℃まで昇温し、3時間かけて重合を行なった。3時間同じ温度で熟成後、若干の凝集物を除き、固形分46%のエマルジョンを得た。参考例1と同様に測定したところ、上記エマルジョン中の共重合体のTgは30℃、Mwは58000であった。上記エマルジョン100部にブチルセロソルブ20部を加え、ホモディスパーを用いて30分攪拌し、水性ポリマーエマルジョン（3）（固形分40%）を得た。

#### 【0030】合成例4

合成例1で用いた反応容器に水125部、ラウリル硫酸ナトリウム3.0部、過硫酸アンモニウム0.5部、シクロヘキシリメタクリレート45部、ステレン35部、メチルメタクリレート25部、クエン酸アセチルトリエチル15部及びn-ドデシルメルカプタン2.5部を仕込み、窒素ガスを流し、溶存酸素を除去した。攪拌下に反応容器内を70℃まで昇温し、3時間かけて重合を行なった。3時間同じ温度で熟成後、若干の凝集物を除き、固形分46%のエマルジョンを得た。参考例1と同様に測定したところ、上記エマルジョン中の共重合体のTgは31℃、Mwは35000であった。上記エマルジョン100部にブチルセロソルブ20部を加え、ホモディスパーを用いて30分攪拌し、水性ポリマーエマルジョン（4）（固形分40%）を得た。

#### 【0031】比較合成例

合成例1で用いた反応容器に水150部、ラウリル硫酸ナトリウム3.0部、過硫酸アンモニウム0.5部、メチルメ

タクリレート60部、n-ブチルアクリレート29部、ステレン10.0部、アクリル酸1部、ジブチルフタレート5部及びn-ドデシルメルカプタン2.5部を仕込み、窒素ガスを流し、溶存酸素を除去した。攪拌下に反応容器内を70℃まで昇温し、3時間かけて重合を行なった。3時間同じ温度で熟成後、若干の凝集物を除き、固形分47%のエマルジョンを得た。参考例1と同様に測定したところ、上記エマルジョン中の共重合体のTgは40℃、Mwは25000であった。上記エマルジョン100部にブチルカルビトールアセテート15部を加え、ホモディスパーを用いて30分間攪拌し、水性ポリマーエマルジョン（5）（固形分40%）を得た。

#### 【0032】実施例1（アイシャドウ）

下記の製造方法により、以下に示す組成のアイシャドウを製造した。得られたアイシャドウは艶及び耐水（汗）性に優れるものであった。

組成	(重量%)
マイクロクリスタリンワックス	3.0
ステアリン酸	3.0
流動パラフィン	8.5
ラノリン	1.0
ソルビタンモノステアレート	1.5
グリセリン	5.5
トリエタノールアミン	1.5
メチルセルロース	0.5
水性ポリマーエマルジョン（1）	10.0
パール顔料	10.0
群青	2.0
イオン交換水	残量
香料	微量
防腐剤	微量

<製造方法>イオン交換水にメチルセルロース、グリセリン、トリエタノールアミンを溶解し、その後、加温してパール顔料及び群青を均一に分散する。次いで、マイクロクリスタリンワックス等の油相成分を加熱溶解し、前記水相中に攪拌しながら添加し乳化を行なう。冷却後、水性ポリマーエマルジョン（1）及び香料、防腐剤を加えて青色のクリームタイプアイシャドウとする。

#### 【0033】実施例2（マスカラ）

下記の製造方法により、以下に示す組成のマスカラを製造した。得られたマスカラは艶及び耐水（汗）性に優れるものであった。

組成	(重量%)
水性ポリマーエマルジョン（2）	45.0
黒色酸化鉄	15.0
タルク	10.0
メチルヒドロキシプロピルセルロース	2.0
ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート	1.5
グリセリン	5.0
イオン交換水	残量

香料 微量  
防腐剤 微量  
<製造方法>イオン交換水にメチルヒドロキシプロピルセルロース、タルク及び水性ポリマーエマルジョン(2)を添加し、均一に攪拌混合した後に、黒色酸化鉄、グリセリン、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレートからなる着色ペーストを添加して均一に混合し、香料及び防腐剤を加えて黒色のマスカラとする。

## 【0034】実施例3(アイライナー)

下記の製造方法により、以下に示す組成の液状皮膜タイプのアイライナーを製造した。得られたアイライナーは艶及び耐水(汗)性に優れるものであった。

組成	(重量%)
水性ポリマーエマルジョン(3)	58.0
カーボンブラック	6.0
二酸化チタン	3.0
ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート	1.0
グリセリン	3.0
メチルセルロース	1.0
イオン交換水	残量
香料	微量
防腐剤	微量

<製造方法>イオン交換水にポリオキシエチレンソルビタンモノステアレートを溶解し、それにカーボンブラック及び二酸化チタンを混合し、コロイドミルを用いて均一に分散させる。これをグリセリン、メチルセルロース及び水性ポリマーエマルジョン(3)を添加し、均一に混合し、最後に香料、防腐剤を添加して黒色の皮膜タイ

プアイライナーとする。

## 【0035】実施例4~7及び比較例1(ネイルエナメル)

下記の製造方法により、表1に示す組成のネイルエナメルを製造し、得られたネイルエナメルの耐水性、接着性及び耐摩耗性をそれぞれ下記評価方法により評価した。結果を表1に示す。

<製造方法>イオン交換水に顔料を分散させた後、水性ポリマーエマルジョン(1)~(5)、次いでその他の成分を添加し、均一に攪拌混合し、最後に脱気して水系ネイルエナメルを製造した。

## 【0036】&lt;評価方法&gt;

(a) 耐水性: 0.5×15×40mmの大きさのナイロン板に試料をネイルエナメル筆にて均一に塗布し、25°C、相対湿度60%の条件下で1時間乾燥後40°Cの水に浸漬して皮膜の劣化度(劣化しにくさ)(白濁、膨潤、柔軟化、剥離等)を観察し、下記基準で評価した。

(b) 接着性: 25°C、相対湿度60%の条件下で試料を爪にネイルエナメル筆にて塗布し乾燥させる。20分後にミクロスパチュラにて皮膜を表面より削り取り、その削り度(削りにくさ)を観察し、下記基準で評価した。

(c) 耐摩耗性: 30分後の乾燥塗膜を木綿布で100回摩擦した後の摩耗度(摩耗しにくさ)を観察し、下記基準で評価した。

(評価基準)

◎: 極めて良好 ○: 良好 △: 普通 ×: 不良

## 【0037】

## 【表1】

		実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	比較例1
ネイルエナメル組成(重量%)	水性ポリマーエマルジョン(1)	86.6	—	—	—	—
	水性ポリマーエマルジョン(2)	—	86.6	—	—	—
	水性ポリマーエマルジョン(3)	—	—	86.6	—	—
	水性ポリマーエマルジョン(4)	—	—	—	86.6	—
	水性ポリマーエマルジョン(5)	—	—	—	—	86.6
	顔料(赤色顔料R-226)	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6
	メチルセルロース	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	イオン交換水	適量	適量	適量	適量	適量
	香料	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
評価結果	防腐剤	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	シリコーン系消泡剤	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	(a) 耐水性	◎	◎	◎	◎	△
	(b) 接着性	◎	◎	○	○	△
	(c) 耐摩耗性	◎	◎	○	○	○

**This Page Blank (uspto)**